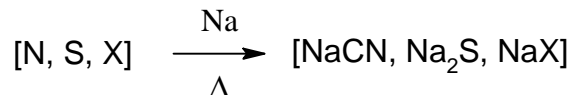


Quando un composto organico contenente atomi di azoto, zolfo o alogeno viene fuso con sodio metallico, avviene una decomposizione riduttiva del composto che converte questi atomi a sali di ioni inorganici  $\text{CN}^-$ ,  $\text{S}^{2-}$  e  $\text{X}^-$  del sodio.



Quando la miscela di fusione viene disciolta in acqua distillata, gli ioni cianuro, solfuro e alogeno possono essere determinati con gli usuali test dell'analisi qualitativa.

### FUSIONE CON SODIO

**PROCEDIMENTO.** Da 20 a 30 mg di sostanza in esame vengono posti in un tubicino di vetro da via secca. Si aggiungono 50÷100 mg di sodio metallico in pezzetti, asciugato del petrolio di conservazione<sup>1</sup> con carta da filtro, e si scalda lentamente fino al color rosso persistente. In tale condizione si mantiene il tubicino sulla fiamma per uno o due minuti durante i quali si verificano (tutte o in parte) le sintesi. Si porta poi il tubicino, ancora caldo, in un beker contenente circa 5 mL d'acqua distillata che fa rompere il vetro disperdendone variamente il contenuto. In particolare, ne dissocia i soluti ionici. Così, filtrando si ottiene soluzione acquosa basica di eventuali ioni  $\text{X}^-$ ,  $\text{CN}^-$ ,  $\text{S}^{2-}$  e  $\text{Na}^+$  (filtrato A).

Porzioni di questa soluzione verranno usate per determinare la presenza di azoto, zolfo e gli alogeni.

Na

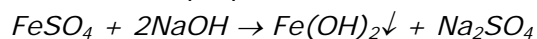
sodio metallico

R 34-14/15

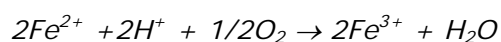
F-C

### RICERCA dell' AZOTO

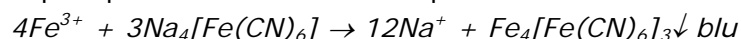
**PROCEDIMENTO.** A circa 1 mL del filtrato A si aggiungono alcune gocce di soluzione concentrata di solfato ferroso preparata di fresco.



Si acidifica per sciogliere il precipitato di  $\text{Fe}(\text{OH})_2$  e si scalda per ossidare in parte il  $\text{Fe}^{2+}$  a  $\text{Fe}^{3+}$ .



Si verifica allora la precipitazioni di un cianocomplesso che contiene sia  $\text{Fe}^{2+}$  che  $\text{Fe}^{3+}$ .<sup>2</sup>



Se la soluzione degli ioni cianuro che denotano presenza d'azoto è troppo diluita, invece del precipitato blu si può osservare una semplice colorazione azzurra, più o meno intensa.

FeSO<sub>4</sub>

solfato ferroso sol. conc.

R 22-36/37/38

Xn

### RICERCA dello ZOLFO

**PROCEDIMENTO.** Acidificare circa 1 mL del filtrato A con acido acetico ed aggiungere alcune gocce di una soluzione acetato di piombo 1%. La presenza dello zolfo è indicata dalla formazione di un precipitato nero di solfuro di piombo,  $\text{PbS}$ .



<sup>1</sup> E' noto infatti che il sodio metallico viene conservato immerso sotto petrolio.

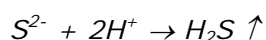
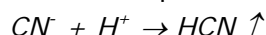
<sup>2</sup> In alternativa dopo acidificazione si possono aggiungere, senza scaldare, alcune gocce di  $\text{FeCl}_3$  per provocare la precipitazione del cianocomplesso.

Altra prova per svelare la presenza dello zolfo consiste nell'aggiunta a 0,5 mL di filtrato A di due gocce di soluzione di nitroprussiato sodico allo 0.1%, perchè in tale situazione gli ioni solfuri devono provocare colorazione rosso porpora della soluzione.

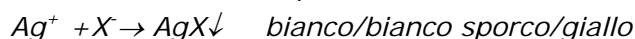
$CH_3COOH$	<i>ac. Acetico sol.</i>	<i>R 10-35</i>	<i>C</i>
$(CH_3COO)_2Pb$	<i>acetato di piombo sol. 1%</i>	<i>R 60-61-33-20/22</i>	<i>T</i>
$Na_2[Fe(CN)_5NO]$	<i>nitroprussiato sodico sol. 0.1%</i>	<i>R 25</i>	<i>T</i>

## RICERCA degli ALOGENI

PROCEDIMENTO. Gli ioni cianuro e solfuro interferiscono con il test per gli alogeni. Se questi ioni sono presenti, devono essere rimossi. Per far questo, acidificare la soluzione con acido nitrico concentrato e bollire per alcuni minuti. Questo eliminerà HCN o H<sub>2</sub>S formati.



Quando la soluzione si raffredderà, aggiungere alcune gocce di una soluzione di argento nitrato al 5%. La formazione di un voluminoso precipitato indica la presenza degli alogeni<sup>3</sup>. Una leggera torbidità non assicura un test positivo.



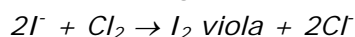
Il cloruro di argento è bianco. Il bromuro di argento è bianco sporco. Lo ioduro di argento è giallo. Il cloruro di argento si scioglie facilmente in idrossido di ammonio concentrato, mentre il bromuro di argento è solo poco solubile.

$HNO_3$	<i>ac. nitrico conc.</i>	<i>R 21-22-35</i>	<i>C</i>
$AgNO_3$	<i>argento nitrato sol. 5%</i>	<i>R 34</i>	<i>C</i>
$NH_4OH$	<i>idrossido di ammonio conc.</i>	<i>R 36/37/38</i>	<i>XI</i>

## DIFFERENZIAZIONE di CLORURI, BROMURI e IODURI

PROCEDIMENTO. Ad 1 mL di filtrato, acidificato con acido solforico, si aggiunge un 1 mL di tetracloruro di carbonio e poi, a goccia a goccia, acqua di cloro, sbattendo vigorosamente la soluzione dopo ogni aggiunta.

Se è presente iodio la fase organica si colora presto in viola.



Continuando l'aggiunta d'acqua di cloro con sbattimento il colore <sup>4</sup>scompare per ossidazione dello iodio a iodato, dopo di che è possibile osservare colore rosso-lampone della fase organica se è presente bromo che viene spostato elettro-chimicamente dal cloro come già lo iodio.

$H_2SO_4$	<i>ac. solforico conc</i>	<i>R 35</i>	<i>C</i>
$CCl_4$	<i>tetracloruro di carbonio</i>	<i>R40-59-48/23-52/53-23/24/25</i>	<i>T-N</i>
<i>Acqua di cloro</i>	<i>acqua di cloro</i>	<i>R23-50-36/37/38</i>	<i>T-N</i>

<sup>3</sup> Non prenderemo in considerazione la rarissima ricerca del fluoro.